

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
6. September 2002 (06.09.2002)

PCT

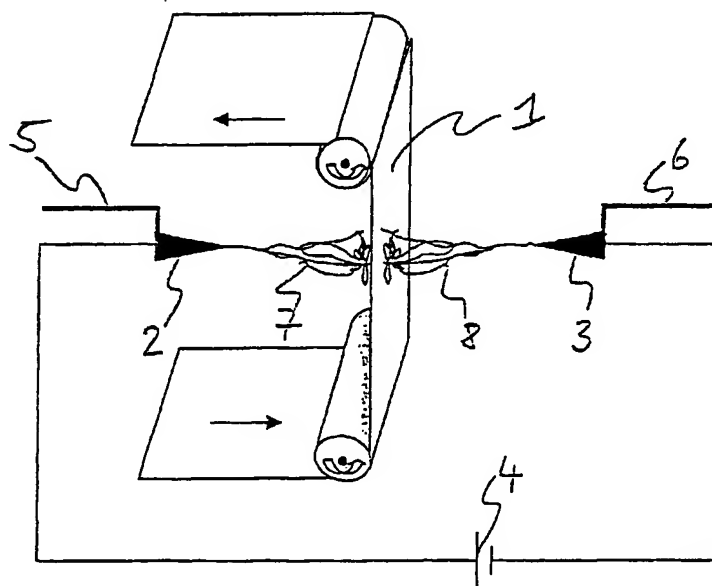
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/068734 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: D01D 5/00, GMBH & CO. KG [DE/DE]; Bayreuther Strasse 3-11, 95482 Gefrees (DE).
D04H 1/42, 1/70, 13/00, B01D 39/16
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE02/00492 (72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): CZADO, Wolfgang [DE/DE]; Am Lennerlein 3, 95482 Gefrees (DE).
- (22) Internationales Anmeldedatum: 12. Februar 2002 (12.02.2002) (74) Anwalt: KÖHLER, Walter; Louis, Pöhlau, Lohrenz & Segeth, Postfach 30 55, 90014 Nürnberg (DE).
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 101 09 474.4 28. Februar 2001 (28.02.2001) DE (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): HELSA-WERKE HELMUT SANDLER

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: FILTER MATERIAL COMPRISING A BIPOLAR COATING

(54) Bezeichnung: FILTERMATERIALIEN MIT BIPOLARER BESCHICHTUNG



(57) Abstract: The invention relates to a method for producing non-woven material wherein nano and/or microfibres are produced from a polymer melt or a polymer solution by means of an electrostatic spinning method and are plaited to form a non-woven. A web-shaped support material (1) is arranged between at least two spray devices (2, 3) formed as electrodes for producing an electric field or is passed through said devices and each side of the support material (1) is coated with nano and/or microfibres (7, 8) produced by the spray device and having an opposite polarity. The invention also relates to a non-woven fabric produced according to said method, in addition to the use thereof.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 02/068734 A1



(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) **Zusammenfassung:** Vorgeschlagen wird ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem Nano- und/oder Mikrofasern durch ein elektrostatisches Spinnverfahren aus einer Polymerschmelze oder aus einer Polymerlösung erzeugt und zu einem Vlies abgelegt werden, wobei ein bahnförmiges Trägermaterial (1), zwischen wenigstens zwei als Elektroden zur Erzeugung eines elektrischen Felds ausgebildeten Absprüheinrichtung (2, 3) angeordnet ist oder hindurchgeführt wird und jede Seite des Trägermaterials (1) mit den mittels der Absprüheinrichtungen (2, 3) erzeugten Nano- und/oder Mikrofasern (7, 8) mit entgegengesetzter Polarität beschichtet wird. Ein nach diesem Verfahren hergestellter Vliesstoff sowie die Verwendung desselben sind ebenfalls Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

5

10

Filtermaterialien mit bipolarer Beschichtung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen bei dem Nano- und/oder Mikrofasern durch elektrostatisches Spinnverfahren aus einer Polymerschmelze oder einer Polymerlösung erzeugt und zu einem Vlies
15 abgelegt werden.

Bei einem derartigen, grundsätzlich bekannten Verfahren wird ein Polymer in Form einer Polymerschmelze oder in Form einer Lösung in ein elektrisches Feld eingebracht und durch die Einwirkung eines elektrischen Feldes zu Fasern versponnen. Eine Elektrode bildet dabei gewöhnlich eine Aufnahmeeinrichtung
20 für die versponnenen Fasern, während die Gegenelektrode häufig als Spritzdüse ausgelegt ist. Die letztgenannte Elektrode kann jedoch auch als ein mit einem bestimmten Potential aufladbares und erwärmbares Förderband ausgebildet sein, um feste Polymere in eine Schmelze zu überführen und aus dieser Schmelze Fasern zu verspinnen.

25 Als Beispiel für ein Verfahren zur Herstellung eines entsprechenden Faserprodukts aus einer Polymerschmelze ist z.B. das US-Patent 4,230,650 zu nennen.

Ein besonders bevorzugtes Anwendungsgebiet für Vliesstoffe ist der Einsatz als Filtermedien. Bei der Herstellung dieser Filtermedien werden die nach einem
30 elektrostatischen Spinnverfahren erzeugten Nano- und/oder Mikrofasern im allgemeinen nicht isoliert, sondern gleich als Vlies abgelegt.

Ein derartiges Verfahren ist z.B. aus der US 4,144,553 bekannt. Ferner gibt es eine Vielzahl von Vorschlägen zur Verbesserung von elektrostatischen Spinnverfahren, die eine Verbesserung der Elektroden und Elektrodengeometrie

- 5 betreffen sowie die Zusammensetzungen der eingesetzten Polymerschmelzen und/oder Polymerlösungen. Hierdurch konnte insbesondere auf die Faserstärke, die Faserstärkenverteilung und auf die Länge der erzeugten Nano- und/oder Mikrofasern Einfluß genommen werden sowie auf die Struktur des erzeugten Vlieses.
- 10 Bei den üblichen elektrostatischen Spinnverfahren wird zur Abscheidung der Fasern in der Regel eine Gegenelektrode aus Metall verwendet, über die zumeist ein textiles Trägermaterial geführt wird, auf dem die Nano- und/oder Mikrofasern zu einem Vlies abgelegt werden. Die abgelegten Fasern werden teilweise entladen. Dies ist bei bestimmten Anwendungen, z.B. als Filter durchaus
- 15 erwünscht. Andererseits verhindert die Restladung der bereits abgelegten Fasern eine weitere Ablagerung von gleichsinnig geladenen Fasern. Hierdurch ist die Gesamtaufladung des Vlieses durch die elektrische Spannung an der Gegenelektrode limitiert und es kommt bestenfalls zu einer ständigen Entladung bei dem Ablegen von weiteren Fasern.
- 20 Dies begrenzt nachteiligerweise die erzielbare Filterwirkung, da diese neben dem Siebeffekt der feinen Fasern zu einem großen Teil auf einer elektrostatischen Abscheidung von Partikeln an den Fasern beruht. Die elektrostatische Ladung ist in den gesponnenen Nano- und/oder Mikrofasern auf gewisse Weise fixiert, während die Gegenladung über das Trägervlies auf die geladenen Fasern
- 25 abfließen und dort die Ladung derselben neutralisieren kann.

Diese prinzipiellen Einschränkungen können durch die in der DE 2032072 A beschriebene, nachfolgende Abscheidung von entgegengesetzt geladenen Fasern nur zum Teil umgangen werden. Weiterhin bleibt das Problem bestehen, daß eine Abscheidung nur solange erfolgt, wie die anziehende Spannung der

30 Gegenelektrode die abstoßende Spannung der abgelagerten Fasern überwindet bzw. übersteigt.

Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung ein verbessertes elektrostatisches Spinnverfahren zur Herstellung von Vliesstoffen anzugeben, bei dem Nano- und/oder Mikrofasern auf einer Polymerschmelze erzeugt und zu

- 5 einem Vlies abgelegt werden. Insbesondere besteht die Aufgabe darin die aus dem Stand der Technik bekannte Nachteile zumindest teilweise zu überwinden und ein Verfahren anzugeben, mit dem Vliesstoffe mit besonders für Filterzwecke vorteilhaften Eigenschaften erhältlich sind.

- Die vorliegende Aufgabe wird durch ein Verfahren mit den Merkmalen des
10 beigefügten Anspruchs 1 gelöst, sowie durch eine nach diesem Verfahren hergestellten Vliesstoff und den Einsatz dieses Vliesstoffs als Filtermaterial.

Vorteilhafte Ausgestaltungen der vorliegenden Erfindung sind Gegenstand der Ansprüche 2 bis 14.

- Erfindungsgemäß ist ein bahnförmiges Trägermaterial zwischen wenigstens zwei
15 als Elektroden zur Erzeugung eines elektrischen Felds ausgebildeten Absprüheinrichtungen angeordnet, wobei eine gleichzeitige Beschichtung von jeder Seite des Trägermaterials mit den mittels der Absprüheinrichtungen erzeugten Nano- und/oder Mikrofasern mit entgegengesetzter Polarität erfolgt. Das bahnförmige Trägermaterial kann dabei stationär zwischen den als
20 Absprüheinrichtungen ausgebildeten Elektroden angeordnet sein, zwischen denen das elektrische Feld erzeugt wird, oder aber zwischen diesen Elektroden hindurchbewegt werden. Insbesondere bei der soeben genannten Variante besteht vorteilhafterweise die Möglichkeit bipolare Vliesstoffe von unendlicher Länge herzustellen. Die Breite richtet sich grundsätzlich nach den Anforderungen
25 und kann von einigen Zentimetern bis zu mehreren Metern variieren.

- Durch die gleichzeitige Beschichtung beider Seiten des Trägermaterials mit Nano- und/oder Mikrofasern entgegengesetzter Polarität entsteht
vorteilhafterweise ein wirkungsvolleres Filtermaterial, das eine höhere Ladungsdichte besitzt und bei dem sowohl die positive als auch die negative
30 Ladung fest in den Fasern fixiert ist.

In einer besonders vorteilhaften Ausgestaltung der vorliegenden Erfindung wird die Durchsatzrate der durch Absprüheinrichtungen versprühten Polymerschmelze und/oder Polymerlösung zumindest für einen Teil des Spinnvorgangs so erhöht, daß wenigstens ein Teil der Polymerschmelze und/oder der Polymerlösung in

- 5 Form von Tropfen auf dem Trägermaterial abgeschieden wird. Dabei wurde überraschenderweise festgestellt, daß auf diese Weise erzeugte Tropfen flüssig bleiben, bis sie auf das Trägermaterial oder bereits abgeschiedene Fasern auftreffen und dort aufgrund ihrer Adhäsionskraft haften bleiben und sich nachfolgend durch Abkühlen oder Verdunsten des Lösungsmittels verfestigen.
- 10 Hierdurch ist eine weitere Erhöhung der Ladungsdichte in dem herzustellenden Vlies realisierbar, ohne den Strömungswiderstand des Filters negativ zu beeinflussen.

- Ein weiterer besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dabei darin zu sehen, daß von den wenigsten zwei als Elektroden ausgebildeten
- 15 Absprüheinrichtungen nicht nur unterschiedliche Polymere mit unterschiedlicher Aufladung versprüht und auf das Trägermaterial aufgebracht werden können. Es ist durchaus möglich in einer Absprüheinrichtung eine Polymerschmelze zu verarbeiten und in einer anderen gleichzeitig einer Polymerlösung. Hierdurch ergibt sich eine besondere Variationsmöglichkeit in dem Aufbau des
- 20 herzustellenden Vlieses, so daß hierdurch unterschiedlichsten Anforderungen entsprochen werden kann.

- In einer Weiterbildung der zuvor beschriebenen Ausführungsform wird die Durchsatzrate der durch die Absprüheinrichtungen versprühten Polymerschmelze und/oder der Polymerlösung periodisch erhöht und wieder verringert. Auf diese
- 25 Weise ist es möglich Nano- und/oder Mikrofasern und „Polymertropfen oder – kugeln“ relativ gleichmäßig verteilt in dem herzustellenden Vlies anzuordnen.

- Das eingesetzte, bahnförmige Trägermaterial wird bevorzugt von einem Gelege, Gewirke, Gestrick oder einem Vlies gebildet. Die Auswahl des Trägermaterials richtet sich dabei nach den zu erfüllenden Anforderungen hinsichtlich der
- 30 Dehnungseigenschaften und z.B. des Luftwiderstands, der beim Einsatz als Filtermaterial von besonderer Bedeutung ist. Der Fachmann wird hier eine entsprechende Auswahl treffen.

Besonders bevorzugt ist es, wenn das Trägermaterial polymereinheitlich zu wenigstens einem der als Polymerschmelze und/oder in der Polymerlösung

- 5 eingesetzten Polymere ist, da hierdurch eine Wiederverwertung sehr vereinfacht wird und, bei Herstellung des Endprodukts aus ausschließlich polymereinheitlichen Bestandteilen, ohne eine Trennung von verschiedenen Bestandteilen oder Vliesschichten erfolgen kann.

- In einer weiteren besonderen Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens
10 wird der Polymerlösung und/oder der Polymerschmelze vor dem Verspinnen wenigstens eine ladungsstabilisierende Substanz oder Verbindung zugesetzt. Als besondere Beispiele sind Metallpulver, Kohle und/oder Graphitpulver, Farbstoffe, Metallocene, Amine, elektrisch leitfähige Polymere und Keramiken, jeweils einzeln oder in Kombination von wenigstens zwei der vorgenannten zu nennen.
- 15 Ferner kann die ladungsstabilisierende Substanz oder Verbindung ausgewählt werden aus den Halogenen, Fluor, Chlor, Brom, Iod und deren Verbindung untereinander, aus Halogenoxiden, wie z.B. Cl_2O , aus den Halogenwasserstoffen, Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff, Bromwasserstoff und Iodwasserstoff, die rein oder als wässrige Lösung vorliegen, aus den
20 Edalgashalogeniden, aus Stickoxiden, wie z.B. Stickstoffmonoxid, Distickstoffmonoxid und Stickstoffdioxid, aus den Schwefeloxiden, Schwefelmonoxid und Schwefeldioxid und Schwefeltrioxid und Schwefelhexafluorid, wobei auch diese Substanzen einzeln oder in Kombination von wenigstens zwei der vorgenannten untereinander und/oder in Kombination
25 mit den zuvor genannten eingesetzt werden können. Der Vollständigkeit halber sind noch Ammoniak, die Edelgase, Wasserstoff, Schwefelwasserstoff, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid und Wasser zu erwähnen sowie alle Substanzen die zu den oben genannten Stoffen zerfallen können oder diese durch Zerfall oder Reaktion freisetzen, wie z.B. NCl_3 , NBr_3 , NI_3 , NOCl , NOBr , PCl_3 , PBr_3 , PI_3 ,
30 PCl_5 , PBr_5 , SCl_2 , S_2Cl_2 , SCl_4 , Halogenide, Oxohalogenide und Schwefelhalogenide von Bor, Silizium, Germanium, Zinn, Blei Stickstoff, Phosphor, Arsen, Antimon, Bismuth, Schwefel, Selen und Tellur sowie Halogenide und Oxohalogenide der Übergangselemente wie z.B. Titan, Palladium, Chrom und dergl..

- 5 Diese ladungsstabilisierende Substanz oder Verbindung, bzw. diese Mischung ladungsstabilisierender Substanzen oder Verbindungen werden erfindungsgemäß bevorzugt in einem Bereich von 0,01 bis 20 Gew.-%, bezogen auf die Polymerschmelze bzw. Polymerlösung, eingesetzt.

Der besondere Vorteil beim Einsatz dieser Substanzen ist darin zu sehen, daß
10 sie als Ladungsträger oder Ladungsstabilisatoren fungieren, die beim Spinnvorgang von einer Polymerhülse umschlossen werden, wodurch eine monatelange Beibehaltung ihrer Aufladung ermöglicht wird. Dies trägt nicht unerheblich z.B. auch zur Lagerfähigkeit der hergestellten Filtermaterialien bei. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung ist besonders hervorzuheben,
15 daß Vliesstoffe mit einem besonders breiten Anwendungsspektrum erhältlich sind, weil eine Vielzahl unterschiedlicher Polymere in den erfindungsgemäßen Verfahren verarbeitbar sind. hierdurch ist es nicht nur möglich Vliesstoffe oder Filtermaterialien herzustellen, die polymereinheitlich aufgebaut sind, was ausdrücklich auch den gleichzeitigen Einsatz von gleichartigen Polymeren mit
20 unterschiedlichen Molekulargewichten umfaßt, sondern auch den Einsatz unterschiedlicher Polymere. Da diese Polymere praktisch beliebig kombinierbar sind, ist es dem Fachmann möglich Vliesstoffe oder Filtermaterialien herzustellen, die auf jeden einzelnen Anwendungsfall abgestimmt werden können. Von den grundsätzlich in dem erfindungsgemäßen Verfahren
25 einsetzbaren Polymerschmelzen und/oder Polymerlösungen sind besonders wässrige Lösungen von Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidin, Polyethylenoxid und dessen Copolymere, Cellulosederivate, Stärke sowie Mischungen dieser Polymere und/oder in organischen Lösungsmitteln gelöstes Polystyrol, Polycarbonat, Polyvinylchlorid, Polyacrylat, Polyurethan, Polyamid, Polysulfon,
30 Polyethersulfon, Cellulosederivate sowie Mischungen dieser Polymere als Polymerlösung/oder Thermoplaste wie Polyolefine, Polyester, Polyoxymethylen, Polychlortrifluormethylen, Polyphenylensulfid, Polyaryletherketon, Polyvinylidenfluorid sowie Mischungen dieser Polymere in einer Schmelze zur Herstellung der Nano- und/oder Mikrofasern zu nennen.

- 5 In einer bevorzugten Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden weiterhin jeweils zwei gegensinnig aufgeladene Schichten Nano- und/oder Mikrofasern gleichzeitig abgeschieden und dieser Vorgang wird mit jeweils identischen oder unterschiedlichen Polymerlösungen und/oder Polymerschmelzen wenigstens einmal wiederholt. Hierdurch sind vielschichtige
- 10 Vliesstoffe bzw. Filtermaterialien erhältlich, die die Variationsmöglichkeiten und somit die Anpaßbarkeit angegebene Einsatzbereiche weiter erhöhen. Es ist dabei besonders bevorzugt die Polarität des elektrischen Feldes bei einer Wiederholung der Faserabscheidung umzukehren, da hierdurch ein Vliesstoff mit einem Schichtenaufbau erhalten wird, dessen Polaritäten wechseln. Hierdurch ist
- 15 eine besondere Steigerung von z.B. der Filtereffizienz möglich.

Je nach Einsatzgebiet der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Vliesstoffe sind eine oder beide Seiten derselben besonderen mechanischen Einwirkungen ausgesetzt. Dem Fachmann ist dabei geläufig, daß z.B. bei einem Einsatz als Staubsaugerfilter häufig durch technisch nicht ausgebildetes und

20 ungeschickt arbeitendes Bedienpersonal Beanspruchungen hervorgerufen werden, die beim Einsatz als Kabinenluftfilter, Umluftfilter, Reinraumfilter oder Abluftfilter in vielen Fällen nicht auftreten, da diese Filter nur durch besonders ausgebildetes Personal eingesetzt oder ausgewechselt werden. Bei Wohnraumfiltern kann es ebenfalls zu entsprechenden Belastungen kommen.

25 Weiterhin können bestimmte mechanische Belastungen durch unsachgemäße Verpackung oder Lagerung bzw. Transport hervorgerufen werden. Um nachteilige Auswirkungen auf das Produkt, d.h. den Vliesstoff, zu vermeiden ist vorgesehen zumindest einen der auf dem Trägermaterial abgeschiedenen Schichten von Nano- und/oder Mikrofasern mit einer Abdeckung aus einem

30 Gelege, Gewirke, Gestricke und/oder aus einem Vlies zu versehen. Dabei ist zu berücksichtigen, daß diese zusätzliche Schicht sich möglichst nicht nachteilig auf den Luftwiderstand auswirken soll, gleichzeitig aber sicher befestigt ist. Die vorerwähnte Abdeckung wird daher bevorzugt durch Laminieren, Kleben oder Nadeln auf wenigstens einer Seite des Vliesstoffs befestigt.

- 5 Die vorliegende Erfindung wird nachfolgend unter Bezugnahme auf die beigefügte Figur und durch Beispiele näher erläutert, wobei diese Erläuterung ausschließlich dem besseren Verständnis der Erfindung dienen und keinesfalls zu deren Beschränkung.

Figur 1 ist zu entnehmen, daß ein bahnförmiges Trägermaterial 1 zwischen zwei
10 als Elektroden zur Erzeugung eines elektrischen Felds ausgebildeten Absprüheinrichtungen 2, 3 angeordnet ist. Die Absprüheinrichtungen 2,3 sind mit einem Hochspannungsgenerator 4 zur Erzeugung des elektrischen Feldes verbunden. Weiterhin sind die Absprüheinrichtungen 2, 3 jeweils mit
15 Einrichtungen zur Materialzufuhr 5, 6 verbunden, die der Zufuhr einer Polymerschmelze und/oder einer Polymerlösung dienen.

Im Betrieb werden dabei durch die Absprüheinrichtungen Nano- und/oder Mikrofasern 7, 8 erzeugt und auf dem Trägermaterial 1 abgeschieden. Die erzeugten Nano- und/oder Mikrofasern sind dabei von entgegengesetzter Polarität und enthalten gegebenenfalls ladungsstabilisierende Zusätze, so daß
20 ein Vliesstoff mit bipolarem Aufbau erhältlich ist.

Bei der in Figur 1 dargestellten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist das Trägermaterial 1 ein Rollen- oder Endlosmaterial, das zwischen den Absprüheinrichtungen 2, 3 während der Abscheidung der Nano- und/oder Mikrofasern 7, 8 hindurchgeführt wird. Selbstverständlich ist es möglich weitere
25 Absprüheinrichtungen neben den dargestellten zwei Absprüheinrichtungen vorzusehen und anzuordnen. Ferner ist aus Figur 1 ersichtlich, daß ein mehrschichtiger Aufbau des herzustellenden Vliesstoffs auf einfache Weise dadurch möglich ist, daß man als Trägermaterial ein Material einsetzt, das bereits einmal nach dem erfindungsgemäßen Verfahren beschichtet wurde.

30 **Beispiel 1**

Eine 5 % Polystyrollösung in Dichlormethan wird mit 0,5 g/l Rhodamin G6 versetzt und mit einer Flußrate von 0,3 ml Polymerlösung/Min./Absprüheinrichtung versponnen. Die Absprüheinrichtungen stehen sich mit einem Abstand von 25 cm direkt gegenüber, das Trägervlies,

- 5 (Micro-Spunbond Polypropylenvlies mit 60 g/m²) wird in der Mitte mit einer Geschwindigkeit von 0,5 m/Min. hindurchgeführt. An den Absprüheinrichtungen liegt eine Hochspannung von + bzw. – 15 KV an. Das so beschichtete K60 Material weist eine Abscheidungsrate von 68 % der 0,3 bis 0,5 µm Fraktion von NaCl auf. Gemessen wurde dies bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 50
10 l/Min. und einer Anströmfläche von 100 cm². Der Luftwiderstand des Trägervlieses wurde unter diesen Bedingungen durch die Beschichtung lediglich von 8 auf 12 Pa erhöht.

Vergleichsbeispiel 1

- Bei einem Vlies, das nach dem Stand der Technik durch Beschichten auf einer
15 Metallelektrode unter ansonsten gleichen Herstellungsbedingungen entsteht, erzielt man eine Abscheidungsrate von 58 %, wobei der Luftwiderstand deutlich auf 19 Pa erhöht ist. Wird das Vlies gemäß DE 2032072 A zuerst mit positiv geladenen Fasern beschichtet und anschließend mit negativen, so beträgt die Abscheidungsleistung lediglich 37 % bei 17 Pa.
- 20 Bei einem Vlies, das nach dem Stand der Technik durch Beschichten auf einer Metallelektrode mit einer 5 % Polystyrollösung ohne Zusätze unter ansonsten gleichen Herstellungsbedingungen entsteht, werden lediglich 19 % bei einem Luftwiderstand von 7 Pa abgeschieden.

Beispiel 2

- 25 Eine 5 % Polystyrollösung in Dichlormethan wird mit 20 g/l Graphitstaub mit einem Partikeldurchmesser von 50 µm versetzt und mit einer Flußrate von 0,3 ml/Min./Absprüheinrichtung versponnen. Die Absprüheinrichtungen stehen sich mit einem Abstand von 25 cm direkt gegenüber und das Trägervlies (Micro-Spunbond Polypropylenvlies mit 60 g/m²) wird in der Mitte mit einer
30 Geschwindigkeit von 0,5 m/Min., hindurchgeführt. An den Absprüheinrichtungen liegt eine Hochspannung von + bzw. –15 KV an. Das so beschichtete K50 Material weist eine Abscheidungsrate von 58 % der 0,3 bis 0,5 µm Fraktion von NaCl bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 50 l/Min. bei einem Luftwiderstand von 12 Pa und einer Anströmfläche von 100 cm² auf.

5

Beispiel 3

Eine 5 % Polystyrollösung in Dichlormethan wird mit 5 g/l Chlor und mit einer Flußrate von 0,3 ml/Min./Absprüheinrichtung versponnen. Die Absprüheinrichtungen stehen sich mit einem Abstand von 25 cm direkt gegenüber, wobei das Trägervlies (Micro-Spunbond Polypropylenvlies mit 60 g/m²) in der Mitte mit einer Geschwindigkeit von 0,5 m/Min. hindurchgeführt wird. An den Absprüheinrichtungen liegt eine Hochspannung von + bzw. -15 KV an.

Das so beschichtete K60 Material weist eine Abscheidungsrate von 72 % in 0,3 bis 0,5 µm Fraktion von NaCl bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 50 l/Min. bei einem Luftwiderstand von 13 Pa und einer Anströmfläche von 100 cm² auf.

Insbesondere durch die vorstehenden Beispiele ist ersichtlich, daß nach dem erfindungsgemäßen Verfahren ein neuartiger Vliesstoff mit bisher unerreichten Filtereigenschaften herstellbar ist.

5

10

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem Nano- und/oder Mikrofasern durch ein elektrostatisches Spinnverfahren aus einer Polymerschmelze oder aus einer Polymerlösung erzeugt und zu einem Vlies abgelegt werden,
dadurch gekennzeichnet,
daß ein bahnförmiges Trägermaterial, zwischen wenigstens zwei als Elektroden zur Erzeugung eines elektrischen Felds ausgebildeten Absprüheinrichtungen angeordnet ist oder hindurchgeführt wird und jede Seite des Trägermaterials mit den mittels der Absprüheinrichtungen erzeugten Nano- und/oder Mikrofasern mit entgegengesetzter Polarität beschichtet wird.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
daß die Durchsatzrate der durch die Absprüheinrichtungen versprühten Polymerschmelze und/oder Polymerlösung zumindest für einen Teil des Spinnvorgangs so erhöht wird, daß wenigstens ein Teil der Polymerschmelze und/oder der Polymerlösung in Form von Tropfen auf dem Trägermaterial abgeschieden wird.
3. Verfahren gemäß Anspruch 2,
dadurch gekennzeichnet,

- 5 daß die Durchsatzrate der durch die Absprühreinrichtungen
 versprühten Polymerschmelze und/oder der Polymerlösung periodisch
 erhöht und wieder verringert wird.
- 10 4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß das bahnförmige Trägermaterial ein Gelege, Gewirke, Gestrick
 oder ein Vlies umfaßt.
- 15 5. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß das Trägermaterial polymereinheitlich zu wenigstens einem der
 als Polymerschmelze und/oder in der Polymerlösung eingesetzten
 Polymere ist.
- 20 6. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß der Polymerlösung und/oder der Polymerschmelze vor dem
 Verspinnen wenigstens eine ladungsstabilisierende Substanz oder
 Verbindung zugesetzt wird.
- 25 7. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß Metallpulver, Kohle und/oder Graphitpulver, Farbstoffe,
 Metallocene, Amine, elektrisch leitfähige Polymere und Keramiken
30 einzeln oder in Kombination als ladungsstabilisierende Substanz oder
 Verbindung zugesetzt wird/werden.
- 35 8. Verfahren gemäß Anspruch 6 oder 7,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß der Polymerlösung und/oder der Polymerschmelze vor dem
 Verspinnen die wenigstens eine ladungsstabilisierende Substanz oder

- 5 Verbindung in einer Menge im Bereich von 0,001 bis 20 Gew.-%
 zugesetzt wird.
9. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche,
 `d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t`,
10 daß den wenigstens zwei Absprühvorrichtungen polymereinheitliche
 Polymerschmelzen und/oder Polymerlösungen zugeführt werden.
10. Verfahren gemäß einem Ansprüche 1 bis 8,
 `d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t`,
15 daß den wenigstens zwei Absprühvorrichtungen unterschiedliche
 Polymerschmelzen und/oder Polymerlösungen zugeführt werden.
11. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche,
 `d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t`,
20 daß wässrige Lösungen von Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidin,
 Polyethylenoxid und dessen Copolymere, Cellulosederivate, Stärke
 sowie Mischungen dieser Polymere und/oder in organischen
 Lösungsmitteln gelöstes Polystyrol, Polycarbonat, Polyvinylchlorid,
 Polyacrylat, Polyurethan, Polyamid, Polysulfon, Polyethersulfon,
25 Cellulosederivate sowie Mischungen dieser Polymere als
 Polymerlösung und/oder Thermoplaste, wie Polyolefine, Polyester,
 Polyoxymethylen, Polychlortrifluormethylen, Polyphenylensulfid,
 Polylaryletherketon, Polyvinylidenfluorid sowie Mischungen dieser
 Polymere in einer Schmelze zur Herstellung der Nano- und/oder
30 Mikrofasern verwendet werden.
12. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche,
 `d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t`,
 daß jeweils zwei gegensinnig aufgeladene Schichten von Nano-
35 und/oder Mikrofasern gleichzeitig abgeschieden werden und dieser
 Vorgang mit jeweils identischen oder unterschiedlichen

- 5 Polymerlösungen und/oder Polymerschmelzen wenigstens einmal wiederholt wird, wobei insbesondere bei einer Wiederholung der Faserabscheidung die Polarität des elektrischen Feldes umgekehrt wird.
- 10 13. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest eine der auf dem Trägermaterial abgeschiedenen Schichten von Nano- und/oder Mikrofasern mit einer Abdeckung aus einem Gelege, Gewirke, Gestrick und/oder aus einem Vlies versehen
- 15 wird.
14. Verfahren gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Abdeckung durch Laminieren, Kleben oder Nadeln befestigt
- 20 wird.
-
15. Vliesstoff, hergestellt nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 14.
- 25 16. Verwendung eines Vliesstoffs gemäß Anspruch 15 als Filtermaterial, insbesondere als Kabinenluftfilter, Umluftfilter, Reinraumfilter, Abluftfilter, Wohnraumfilter und/oder Staubsaugerfilter.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

In **onal** Application No

PC 1/DE 02/00492

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 D01D5/00 D04H1/42 D04H1/70 D04H13/00 B01D39/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 D01D D04H B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 1 048 335 A (FIBERMARK GESSNER GMBH & CO) 2 November 2000 (2000-11-02) the whole document	1-16
A	GB 1 087 429 A (BAYER AG) 18 October 1967 (1967-10-18) the whole document	1-16
A	DE 23 28 015 A (BAYER AG) 19 December 1974 (1974-12-19) the whole document	1-16

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 July 2002

Date of mailing of the international search report

29/07/2002

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Tarrida Torrell, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 02/00492

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 1048335	A	02-11-2000	DE 19919809 A1	09-11-2000
			CA 2305004 A1	30-10-2000
			EP 1048335 A1	02-11-2000
			US 6395046 B1	28-05-2002
GB 1087429	A	18-10-1967	FI 45623 B	02-05-1972
			NL 6506056 A	16-11-1965
			NO 120832 B	14-12-1970
			SE 314964 B	22-09-1969
DE 2328015	A	19-12-1974	DE 2328015 A1	19-12-1974
			CA 1060616 A1	21-08-1979
			CH 576027 A5	31-05-1976
			ES 426815 A1	16-09-1976
			FR 2231792 A1	27-12-1974
			GB 1441711 A	07-07-1976
			IT 1013297 B	30-03-1977
			JP 50020048 A	03-03-1975
			NL 7407215 A ,C	03-12-1974
			US 3994258 A	30-11-1976

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Int. nationales Aktenzeichen

PCI/DE 02/00492

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 D01D5/00 D04H1/42 D04H1/70 D04H13/00 B01D39/16		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 D01D D04H B01D		
Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 1 048 335 A (FIBERMARK GESSNER GMBH & CO) 2. November 2000 (2000-11-02) das ganze Dokument	1-16
A	GB 1 087 429 A (BAYER AG) 18. Oktober 1967 (1967-10-18) das ganze Dokument	1-16
A	DE 23 28 015 A (BAYER AG) 19. Dezember 1974 (1974-12-19) das ganze Dokument	1-16
<input type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" Älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 22. Juli 2002		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts 29/07/2002
Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Tarrida Torrell, J

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 02/00492

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 1048335 A	02-11-2000	DE 19919809 A1	09-11-2000
		CA 2305004 A1	30-10-2000
		EP 1048335 A1	02-11-2000
		US 6395046 B1	28-05-2002
GB 1087429 A	18-10-1967	FI 45623 B	02-05-1972
		NL 6506056 A	16-11-1965
		NO 120832 B	14-12-1970
		SE 314964 B	22-09-1969
DE 2328015 A	19-12-1974	DE 2328015 A1	19-12-1974
		CA 1060616 A1	21-08-1979
		CH 576027 A5	31-05-1976
		ES 426815 A1	16-09-1976
		FR 2231792 A1	27-12-1974
		GB 1441711 A	07-07-1976
		IT 1013297 B	30-03-1977
		JP 50020048 A	03-03-1975
		NL 7407215 A ,C	03-12-1974
		US 3994258 A	30-11-1976

